



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Off nlegungsschrift
⑩ DE 196 32 589 A 1

⑤1 Int. Cl. 6:
G 01 N 11/14
G 01 L 7/08
G 01 L 25/00

②1 Aktenzeich n: 196 32 589.7
②2 Anmeldetag: 13. 8. 96
④3 Offenlegungstag: 19. 2. 98

⑦1 Anmelder:
Gebrüder HAAKE GmbH, 76227 Karlsruhe, DE
⑦4 Vertreter:
Baumann, E., Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 85635
Höhenkirchen-Siegertsbrunn

⑦2 Erfinder:
Schramm, Gebhard, 76139 Karlsruhe, DE; Platzek,
Wolfgang, 76189 Karlsruhe, DE; Braun, Hartmut, Dr.,
76327 Pfinztal, DE

⑤4 Normalkraft-Meßeinrichtung

DE 196 32 589 A 1

DE 196 32 589 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 12. 97 702 068/125

6/24

Beschreibung

Normalkraft-Meßeinrichtungen für Rotations- oder Axial-Rheometer zur Bestimmung der beim Scheren von Proben viskoelastischer Flüssigkeiten auftretenden, der Elastizität proportionalen Normalkraft bzw. Normalspannung

1. Einführung in das Meßproblem

Viskoelastische Flüssigkeiten weisen sowohl viskose als auch elastische Eigenschaften auf, deren Größen absolut und im Verhältnis zueinander unter anderem abhängig sind von der Intensität scherender Beanspruchungen, denen solche Flüssigkeiten unterworfen sind. Zur Bestimmung dieser viskosen und elastischen Eigenschaften dienen sowohl Rotations- wie Axial-Rheometer mit Platte und Platte- oder Platte und Kegel-Meßeinrichtungen, in deren Meßspalten Proben aufgenommen und definierten Scher- oder Quetschströmungen ausgesetzt werden. Hierbei ergeben sich in den Proben Normalspannungen, die als Normalkräfte auf die Oberflächen der Maßeinrichtungen wirken und die als ein Maß der elastischen Eigenschaften dienen können.

1.1 Rotations-Rheometer

Bei Rotations-Rheometern mit Platte und Platte- oder Kegel und Platte-Meßeinrichtungen wird die Prüfsubstanz in einen Meßspalt eingebracht, der gebildet wird durch einen angetriebenen Meßteil — Rotor —, entweder Platte oder Kegel, und die (meist) ruhende Meßplatte — Stator. Für eine genaue Auswertung der Meßergebnisse ist es von sehr großer Bedeutung, daß der gewählte Meßspalt — unterstützt durch eine möglichst steife, hier nicht angedeutete konstruktive Anordnung (Stativ) von Antriebseinheit mit Rotor und der Baugruppe der unteren Platte — genau axial vorgegeben und für die Dauer des Meßvorganges eingehalten wird. Bei einem Kegel mit abgeflachter Kegelspitze muß dabei der Kegel axial gegenüber der Platte so angeordnet sein, daß die fiktive Kegelspitze genau auf die Plattenoberfläche reicht.

Rotationsrheometer arbeiten entweder mit der Vorgabe der Drehzahl des Antriebsmotors, die über Geometriefaktoren mit der rheologisch bedeutsamen Größe der Schergeschwindigkeit verknüpft ist. Diese Rheometer werden mit "CR" bezeichnet (abgeleitet von englisch "Controlled Rate"). Alternativ kann ein der Schubspannung proportionales Drehmoment an dem Antriebsmotor vorgegeben werden. Instrumente dieser Art werden als CS-Rheometer (englisch: Controlled Stress) bezeichnet. Bei nur viskosen Proben wird in einem CR-Rheometer die Drehzahl bzw. die Schergeschwindigkeit vorgegeben und eine viskositätsproportionale Schubspannung mit Hilfe einer Torsionsmeßfeder gemessen. Bei einem CS-Rheometer wird alternativ die Schubspannung vorgegeben und ein viskositätsproportionaler Wert der Verformung bzw. der Drehzahl mit Hilfe eines Drehwinkelsensors gemessen.

Bei einer viskoelastischen Probe im Meßspalt wird in einem CR-Rheometer die Verformung der Probe im Meßspalt sowohl zu einer viskositätsproportionalen Schubspannung und zu einer Normalspannung, proportional zur Elastizität, führen.

Die Normalspannung in einer gescherten viskoelastischen Probe zeigt sich in einer axialen Kraft (Druck oder Zug) auf die Platte und Platte- oder Kegel und

Platte-Meßeinrichtungen der Rheometer. Dadurch besteht die Tendenz, daß sich der für die rheologische Messung konstant zu haltende Spalt — trotz des steifen konstruktiven Aufbaus des Rheometers — zwischen dem beweglichen, angetriebenen Meßteil (Rotor) und der feststehenden unteren Meßplatte (Stator) der Maßeinrichtung aufweitet oder verengt. Generell kann man auf beiden Seiten der Maßeinrichtung messen, d. h. die axiale Kraft oder der Druck auf den ruhenden oder beweglich gelagerten Teil — Stator oder Rotor — der Maßeinrichtung kann bestimmt und unter Verwendung der Geometriedaten der Maßeinrichtung in Werte der Normalspannung bzw. der Normalkraft umgerechnet werden.

Bekannte technische Lösungen für die Stator-Seite der Maßeinrichtung (Rheometer des "Couette Typs") gehen oft von einer möglichst steifen axial verformbaren Meßfeder als Drucksensor zur Bestimmung der axialen Kraft im Schaft der auf Drehzahl $n=0$ 1/min geregelten, d. h. von einer sich quasi in Ruhe befindlichen, oberen Meßplatte aus, wobei es trotzdem oft zu einer merklichen Aufweitung des Meßspaltes kommt. Ein Federkraft-proportional es Kraftsignal wird meist von kapazitiven oder induktiven Wegaufnehmern bei endlicher Verformung dieser Meßfeder erhalten.

Bei dem angetriebenen, beweglich gelagerten Meßteil — Platte oder Kegel — der Maßeinrichtung (Rheometer des "Searle Typs") nutzt man in einigen Fällen die Axialposition der Rotorwelle zur Normalkraftbestimmung aus. Die oft zum Einsatz kommenden Axial-Luftlager der Rotorwelle zeigen in weiten Bereichen ein Lagerverhalten wie lineare Axialfedern. Bei bekannter Federcharakteristik der Axiallagerung und anderweitig bestimmter Axialposition der Welle erhält man auch so ein axiales Kraftsignal der Probe.

Die in beiden Fällen zur Messung der Normalkraft erforderliche Aufweitung des Meßspaltes wird aber die ursprüngliche Strömung im Platte und Platte- oder Kegel und Platte-Meßeinrichtungen stören und damit die rheologischen Meßwerte verfälschen. Deshalb gibt es drei wesentliche Entwicklungen:

a. Sichert man mittels eines axial sehr steifen Meßsystems konstruktiv, daß die Aufweitung zwischen Stator und Rotor extrem klein bleibt, erfüllt man damit zwar die geometrischen Bedingungen des rheometrischen Experimentes. Man hat allerdings größte Schwierigkeiten, ein vernünftiges Signal-Rausch-Verhältnis für das Meßsignal der Normalkraft zu erhalten.

b. Verwendet man für den Spaltabstand eine Kompensationsregelung unter Benutzung des Normalkraft-proportionalen Signales aus der Axialposition des Rotors oder des Stators, so sichert man damit am besten die Einhaltung des gewünschten Meßspaltes.

c. Nimmt man die (leicht) geänderten Spaltbedingungen in Kauf und versucht für stationäre Deformationen die sich einstellende Spaltaufweitung zu korrigieren, so erhält man näherungsweise richtige Werte.

1.2 Axial-Rheometer

Diese Rheometer deformieren die Probe in einer Platte und Platte-Meßeinrichtung durch eine axiale Bewegung einer als Meßteil wirkende Stauch-Platte gegen die meist fest abgestützte zweite, untere Platte. Wieder-

um unterscheidet man zwischen der Vorgabe der Axialposition/axiale Verformung und der viskositätsproportionalen, zu messenden Normalkraft oder der Vorgabe der Normalkraft und der Messung der viskositätsproportionalen Axialposition/axiale Verformung. Der Meßspalt mit der Probe muß dabei ebenfalls sehr genau bestimmt werden und darf nicht durch die Nachgiebigkeit der in die Schaft der Stauch-Platte oder in die Platte eingebauten Drucksensors verfälscht werden. Generell gelten die bei den Rotationsrheometern genannten Lösungsmöglichkeiten auch hier.

2. Die vorliegende Erfindung

Es ist das Ziel dieser Erfindung, neue Normalkraft-Meßeinrichtungen für Rotationsrheometer (Searle- oder Couette-Typ) als auch für Axialrheometer gemäß des Oberbegriffs des Schutzanspruchs 1 vorzustellen, um die Normalspannungen — auf die Wirkfläche bezogene Normalkräfte in viskoelastischen Proben einfach zu bestimmen und um eine größere, probenbedingte Spaltaufweitung, wie sie in herkömmlichen Meßanordnungen auftritt, zu vermeiden.

Erfindungsgemäß wird das Meßproblem gelöst durch Schutzanspruch 1.

Die neue Meßmethode basiert auf dem Einsatz von Drucksensoren verschiedener Meßempfindlichkeit in den angedeuteten Rheometer-Meßeinrichtungen, die dem Ziel dienen, die durch Scherung von viskoelastischen Flüssigkeiten entstehenden Normalkräfte auf die untere Meßplatte zu messen und damit eine Kennzeichnung speziell der elastischen Eigenschaften von viskoelastischen Proben vorzunehmen. Ein solcher Normalkräfte bestimmender Drucksensor ist in der Platten-Oberfläche im Stator der Meßeinrichtung des Rheometers angeordnet. Damit ist auch eine einfache Möglichkeit gegeben, vorhandene Rheometer durch den Austausch einer solchen Stator-Meßplatte mit Normalkraft-Meßeinrichtungen anstelle von Meßplatten ohne eine solche Normalkraft-Meßeinrichtung auch nachträglich so auszustatten, daß damit zusätzlich Normalkräfte bzw. Normalspannungen meßbar werden. Die eingesetzten Normalkraft-Meßeinrichtungen minimieren, auch ohne Kompensation der Membranverformung, schon aufgrund ihres konstruktiven Aufbaus die maximal mögliche Spaltaufweitung auf wenige Mikrometer ($< 20 \mu\text{m}$).

Fig. 1a zeigt eine Meßeinrichtung eines Rotationsrheometers, wobei das Meßteil — der Kegel — mit 1a, die untere Meßplatte — Stator — mit 2 und die zu untersuchende Probe mit 3a bezeichnet ist.

Fig. 1b entspricht der Fig. 1a weitgehend bis auf den in die Meßplatte 2 eingesetzten Drucksensor 4, der in dieser Anordnung als Normalkraft-Meßeinrichtung dient. Der Kegel und die Probe werden hier mit 1b und 3b bezeichnet.

Fig. 1c zeigt eine Meßeinrichtung mit dem Meßteil 1c — obere Platte — über dem Stator 2 — untere Meßplatte —, in die der Drucksensor 4 entsprechend zu Fig. 1b eingebaut ist und auch hier die Funktion einer Normalkraft-Meßeinrichtung übernimmt. Die in dem Spalt zwischen der oberen Platte 1c und der unteren Platte 2 eingeschlossene Probe wird mit 3c bezeichnet.

Fig. 1d stellt dar eine Axialrheometer-Meßeinrichtung mit einem planparallelen Meßspalt zwischen einem Meßteil 1d — obere Stauchplatte — und dem Stator 2 — untere Platte —, in den ein Drucksensor 4 als Normalkraft-Meßeinrichtung bündig eingebaut ist. Die Pro-

be im Meßspalt wird mit 3d bezeichnet. Mit einer Stauchkraft kann mit 1d eine Stauchkraft in geeigneter Weise — hier nicht gezeigt — auf die Probe 3d einwirken. Bei Vorgabe einer zeitkonstanten Stauchkraft kann der zeitliche Verlauf der auf 2 wirkenden Druck-/Normalkräfte mit dem Drucksensor 4 gemessen und registriert werden. Damit lassen sich unter anderem die zeitlichen Veränderungen von auf 4 wirksamen Normalkräften bestimmen, wenn die internen Spannungen in vorgespannten viskoelastischen Proben durch Spannungsrelaxation abgebaut werden.

Abb. 2 zeigt entsprechend den Schutzansprüchen 1, 2 und 3 eine solche Normalkraft-Meßeinrichtung, die besteht aus einem vorzugsweise keramischen Grundkörper (5) mit einer flachen, zylinderförmigen Vertiefung und einer mit (5) festverbundenen, keramischen, dünnen Membranplatte (6), so daß sich zwischen dem Grundkörper (5) und der Membranplatte (6) ein sehr flacher Hohlraum (7) ergibt, zu dem eine röhrenartige Verbindung (8) nach außen die Möglichkeit bietet, Druckluft oder unter geregelterm Druck stehende Flüssigkeit einzuleiten. In diesem Hohlraum ist ein entsprechender Meßwandler, vorzugsweise kapazitiv oder piezoelektrisch, angeordnet — nicht gezeigt —, der eine axiale Deformation der durch eine Normalkraft (F_N) beaufschlagten Membran (6) in eine entsprechendes elektrisches Meßsignal umsetzt. So führt eine auf die Außenseite der Membranplatte (6) wirkende Normalkraft (F_N) bzw. der auf die Wirkfläche der Meßplatte wirksame Druck (P_1) hervorgerufen durch die Scherung einer viskoelastischen Probe (3a) im Meßspalt zu einer elastischen, mechanischen Verformung von (6) und damit zu einem entsprechenden elektrischen Meßsignal des Meßwandlers, welches mit dem wirksamen Druck (P_1) korreliert und das durch eine definierte Druckbeaufschlagung von (6) entsprechend kalibriert werden kann.

Nach Schutzanspruch 4 ist der Hohlraum (7) so flach ausgebildet, daß sich die Membranplatte bei Erreichen eines Grenzdruckes auf dem Boden von (5) anlegen kann. Dadurch ist dieser Sensor bei unzulässig hohen Drücken gegen Überlast und Bruch der Meßmembran (6) gesichert. Die Membran (6) ist darüber hinaus konstruktiv durch einen Haltering (11), der Teil der unteren Meßplatte (2) ist, abgesichert gegen Abriß bei Zugbeanspruchung auf (2), wie sie z. B. beim Trennen des Meßspaltes im Zuge der Reinigung der Meßeinrichtung auftreten kann.

Nach Schutzanspruch 5 wird zusätzlich vorgesehen, daß der Hohlraum (7) über die röhrenartige Verbindung (8) in geeigneter Weise mit einem gasförmigen — z. B. — Druckluft — oder einem flüssigen, elektrisch nicht leitfähigen Druckübertragungsmedium mit einem geregelten Druck P_2 beaufschlagt werden kann, durch den der Außendruck P_1 auf die Membranplatte (6) vollständig kompensiert werden kann und die Membran positionsmäßig praktisch in ihrer drucklosen Ausgangslage gehalten wird. Praktisch wird bei Auftreten einer Normalspannung in der im Meßspalt gesicherten Prüfflüssigkeit und dem damit Wirksamwerden einer entsprechenden Normalkraft (F_N) bzw. des Drucks (P_1) auf (6) durch das sich ergebende kapazitive oder piezoelektrische Meßsignal als Regelgröße dafür gesorgt, daß mit Hilfe eines regelbaren, hier nicht näher gekennzeichneten Druckerzeugers (10) ein gleicher Innendruck P_2 in (7) aufgebracht und damit die axiale Durchbiegung von (6) vollständig kompensiert wird. Damit bleibt die Geometrie des Meßspaltes und insbesondere die Position der Kegelspitze gegenüber der Oberfläche der Meßplatte

und somit die Möglichkeit der Auswertung der Meßwerte in rheologisch relevante Kennwerte erhalten. Als Meßsignal der Normalkraft (F_N) auf die Membranplatte bzw. der elastizitäts-proportionalen Normalspannung in der gescherten Probe dient dann die Größe des Kompensationsdruckes P_2 , der mit einem zusätzlichen Drucksensor (9) gemessen wird.

Patentansprüche

1. Normalkraft-Meßeinrichtung für Rotationsrheometer des Searle- oder Couette-Typs oder für Axialrheometer, mit einem beweglichen angetriebenen Meßteil und einer feststehenden unteren Meßplatte, zum Messen der Normalkraft, dadurch gekennzeichnet, daß die untere Meßplatte (2) mittig einen ebenen, im rechten Winkel zur Meßteilachse angeordneten, runden Drucksensor (4) aufweist, dessen, vorzugsweise elektrisches, Meßsignal eindeutig zu der in der viskoelastischen Probe durch Scherung im Meßspalt erzeugten Normalkraft korreliert.
2. Normalkraft-Meßeinrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchmesser des Drucksensors (4) gleich oder kleiner als der Durchmesser der unteren Meßplatte ist, (wodurch die sehr kritischen Randeinflüsse bei der Normalkraftmessung minimiert werden).
3. Normalkraft-Meßeinrichtung nach Anspruch 1 oder 2, gekennzeichnet dadurch, daß der in die untere Meßplatte (2) eingefügte Drucksensor (4) gebildet wird durch einen, vorzugsweise keramischen, Grundkörper (5) mit einer flachen, zylinderförmigen Vertiefung und einer mit dem Grundkörper (5) fest verbundenen, vorzugsweise dünnen, keramischen und unter einer Normalkraft axial verformbaren Membranplatte (6), so daß sich zwischen dem Grundkörper und der Membranplatte (6) ein sehr flacher Hohlraum (7) ergibt, zu dem eine geeignete röhrenartige Verbindung (8) nach außen hergestellt wird und in diesem Hohlraum (7) ein entsprechender Meßwandler, vorzugsweise kapazitiv oder piezoelektrisch, angeordnet ist, der die durch eine Normalkraft (F_N) verursachte axiale Deformation der Membranplatte (6) in ein entsprechendes Normalkraft-Meßsignal umsetzt, und daß dieses Normalkraft-Meßsignal in Normalkraftwerten kalibriert werden kann.
4. Normalkraft-Meßeinrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die axiale Tiefe — kleiner als 20 μm — des Hohlraumes (7) so gewählt wird, daß bei Überschreitung des für den Drucksensor (4) konstruktiv vorgesehenen maximal zulässigen Wertes der Normalkraft die verformte Membranplatte (6) sich am Boden des Hohlraumes (7) abstützen kann und andererseits bei Zugbeanspruchung des Drucksensors ein Haltering (11) die Membranplatte (6) so gegen Zugkräfte sichert, daß damit eine unzulässige, die Membranplatte (6) eventuell mechanisch zerstörende, negative Verformung bzw. ein Abreißen von dem Grundkörper (5) sicher ausgeschlossen wird.
5. Normalkraft-Meßeinrichtung nach einem der Ansprüche 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß durch die röhrenartige Verbindung (8) in ihrem Innendruck (P_2) geregelte Luft oder eine elektrisch nicht leitfähig Flüssigkeit in den Hohlraum (7) eingebracht wird, damit die von der Normalkraft (F_N) abhängige axiale Verformung der Membranplatte

(6) durch einen solchen, vom regelbaren Druckerzeuger (10) gelieferten Innendruck (P_2) im Hohlraum (7) so voll kompensiert wird, daß unabhängig von der variablen Normalkraft (F_N) der Elektrodenabstand des Meßwandlers im Hohlraum (7) konstant und damit der Meßspaltabstand zwischen Meßteil (1a) und der unteren Meßplatte (2) trotz Scherung der viskoelastischen Probe unverändert bleibt, und damit als Maß für die Normalkraft (F_N), damit als Maß für die Normalspannung und damit für die elastischen Eigenschaften der Probe dient, wobei der durch den Drucksensor (9) gemessene Kompensations-Innendruck (P_2) das Meßsignal für die Normalkraft (F_N) darstellt.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

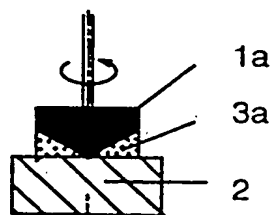


Fig. 1a

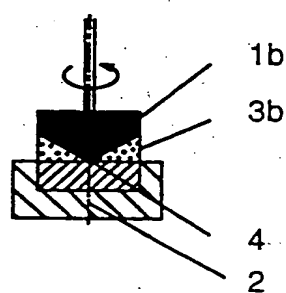


Fig. 1b

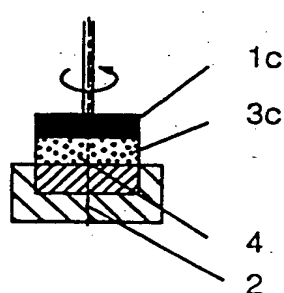


Fig. 1c

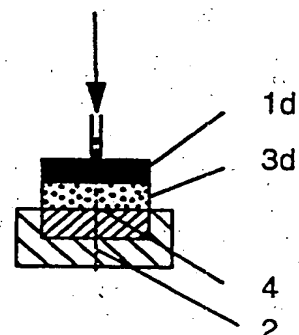


Fig. 1d

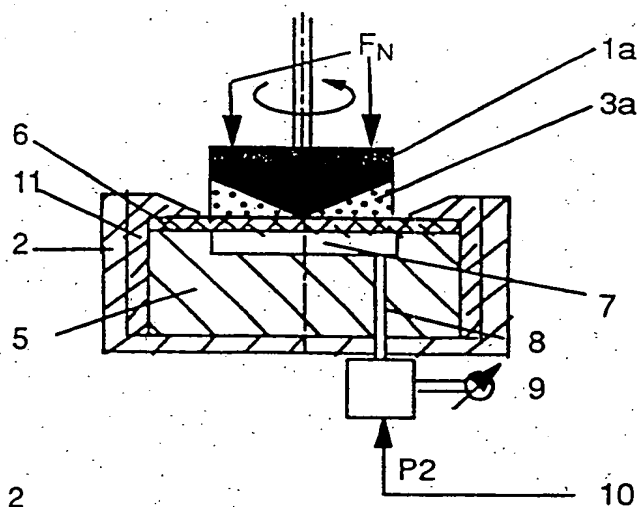


Fig. 2